

SINTESA KOMPOSIT KERAMIK ALUMINA-ZIRKONIA SEBAGAI BAHAN REFRAKTORI SUHU TINGGI¹

Perdamean Sebayang² dan Budiarto³

S 36

S 46

ABSTRAK

SINTESA KOMPOSIT KERAMIK ALUMINA-ZIRKONIA SEBAGAI BAHAN REFRAKTORI SUHU TINGGI. Untuk meningkatkan sifat mekanik, memperkuat struktur dan koefisien termal bahan keramik alumina maka dapat dilakukan dengan menambahkan bahan zirkonia. Bahan komposit keramik alumina-zirkonia dapat digunakan sebagai bahan refraktori suhu tinggi. Pada penelitian ini telah dilakukan sintesa komposit keramik dari campuran antara serbuk $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan ZrO_2 dengan variasi perbandingan 90%:10%, 80%:20%, 70%:30%, 60%:40%, 50%:50%, dan 40%:60 %, kemudian disintering pada suhu 1400 °C, 1500 °C, dan 1600 °C selama 60 menit. Selanjutnya sampel dikarakterisasi terhadap kerapatan massa, koefisien ekspansi termal, kekuatan patah, dan identifikasi fasa-fasa yang terbentuk. Hasil karakteristik kerapatan massa tertinggi adalah 4,11 g/cm³, dan suhu sintering optimal pada 1600°C. Hasil analisa koefisien termal ekspansi dicapai sekitar $8,2 \times 10^{-6}$, kekuatan patah maksimum sebesar 523,28 Mpa diperoleh pada perbandingan komposisi 80% $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan 20% ZrO_2 . Hasil analisa difraktogram, menunjukkan bahwa fasa dominan untuk komposit keramik alumina-zirkonia yang terbentuk adalah fasa monoklinik zirkonia.

ABSTRACT

CERAMIC COMPOSITE SYNTHESIS OF ALUMINA-ZIRCONIA AS A REFRACTORY MATERIAL AT HIGH TEMPERATURE. The ceramic composite has been made from mixing of $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ and ZrO_2 powders with variation ratios of 90%:10%, 80%:20%, 70%:30%, 60%:40%, 50%:50%, and 40%:60 %, then those were sintered at temperatures 1400 °C, 1500 °C, and 1600 °C with in 60 minutes of time duration. Then samples were characterized towards bulk density, coefficient of thermal expansion, bending strength, and structure of crystals. The results of charactirred bulk density, the highest is 4,11 g/cm³, and the optimum synthesis temperature is 1600 °C. Furthermore the results show that the coefficient of thermal expansion is at $8,2 \times 10^{-6}$, mximum bending strength is 532,26 MPa for the ratio of 80% $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ and 20% ZrO_2 . The analyze of results diffractogram show that the dominant phase of ceramic composite of alumina-zirconia formation is monoclinic zirconia phase.

KEY WORD

Synthesis, Ceramic composite, Refractory

PENDAHULUAN

Dengan mempertimbangkan bahwa keramik alumina mempunyai sifat kekerasan yang relatif tinggi, titik leleh cukup tinggi sampai 2050 °C dan sifat unggul lainnya adalah tahan terhadap korosi dan mempunyai berat jenis yang rendah.^[1] Sedangkan zirkonia mempunyai sifat kuat dan tangguh^[1] adalah logis ada suatu pemikiran dan usaha untuk menggabungkan kedua material tersebut sebagai komposit keramik untuk bahan refraktori suhu tinggi. Untuk memenuhi persyaratan diatas, dengan cara meningkatkan kekuatan mekanik dan sifat termal dari keramik alumina. Salah satu cara meningkatkan sifat mekanik yaitu menambahkan bahan zirkonia. Karena partikel-partikel zirkonia dapat terdispersi diantara bulir alumina sehingga dapat memperkuat struktur dari keramik alumina sendiri dan disamping itu dapat mempengaruhi koefisien termal ekspansi serta densitasnya.^[2,3]

Secara umum baik metalik atau keramik bila dibuat dengan teknik *powder metalurgy* akan melalui proses pembentukan dan pembakaran (dipanaskan pada temperatur tinggi). Pada saat pembakaran ini akan terjadi penyusutan yang menyebabkan pemadatan (*densifikasi*). Proses pemadatan ini

dikenal sebagai *sintering*. Proses inilah yang akan digunakan dalam penelitian ini.

Maksud dan tujuan penelitian ini adalah sintesa dan mengkarakterisasi bahan komposit keramik alumina-zirkonia serta pengaruh variasi perbandingan komposisi dan suhu sintering terhadap kerapatan masaa (densitas), koefisien ekspansi termal, kekuatan patah, dan identifikasi fasa-fasa yang terbentuk

BAHAN DAN TATA KERJA

Bahan :

Serbuk $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (p.a) dan serbuk ZrO_2 (p.a) dari Merck dan aquadest.

Alat :

Magnetik stirer; Mortar; Ball Mill; Heater; Furnace; Dilatometer; Jangka sorong; Kawat penggantung; Tensil Strength Machine; Oven listrik; Hidrolik press dan Difraktometer sinar-X.

Metode :

Pada proses pembuatan komposit keramik alumina-zirkonia digunakan material serbuk $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan serbuk ZrO_2 , namun untuk memperoleh campuran yang homogen dilakukan penggilingan secara basah (*Wet Ball mill*) selama kurang lebih 5

¹ Dipresentasikan pada Pertemuan Ilmiah Sains Materi 1997

² Pusat penelitian dan Pengembangan Fisika Terapan – LIPI

³ Pusat Penelitian Sains Materi

jam. Selanjutnya sampel dicetak dengan bentuk pellet dan balok menggunakan alat tekan hidrolik. Kemudian dilakukan pembakaran (sintering) sampel yang bertujuan untuk saling mengikat butiran-butiran bahan dan menurunkan porositas. Pembakaran dilakukan memakai alat tungku listrik dengan variasi suhu 1400 °C, 1500 °C, dan 1600 °C. Akhirnya mengkaraktirasi bahan komposit keramik alumina-zirkonia terhadap pengaruh variasi perbandingan komposisi dan suhu sintering, kerapatan masaa (densitas), koefisien ekspansi termal, kekuatan patah, dan struktur kristalnya.

Pengujian kerapatan massa (densitas)

Tujuannya adalah untuk mengetahui kerapatan massa (densitas) dan mendapatkan komposit keramik alumina-zirkonia yang optimum. Pengujian densitas dilakukan dengan metoda daya apung (*bouyancy*) atau prinsip *Archimedes*, rumusnya sebagai berikut :

$$W_k$$

$$\text{Densitas} = \frac{W_k}{W_b \text{ jenuh} - (W_b \text{ air} - W_t)} \times \rho \text{ air}$$

$$W_b \text{ jenuh} - (W_b \text{ air} - W_t)$$

Keterangan :

Densitas : Massa jenis

Wb jenuh: Berat jenuh(di udara) sampel

Wk : Berat sampel kering

Wb air : Berat basah sampel dalam air

Wt : Berat tali/benang/kawat.

ρ air : densitas air 1 gr/cm³

Pengujian Koefisien ekspansi termal

Pengukuran koefisien ekspansi termal diperlukan karena sangat berhubungan dengan daya tahan bahan tersebut terhadap perubahan panas yang mendadak (suhu kejut).pada penelitian ini digunakan alat *Termal Dilatometer analyzer* (Harrop Model TD712)

Pengujian Kekuatan patah

Uji kekuatan atau uji patah dilakukan untuk mengukur kekuatan bahan dalam menahan beban. Sampel yang akan diuji tidak boleh retak, permukaan halus/rata dan simetris. Uji kekuatan dilakukan dengan menggunakan alat *Tensile Strength Machine* (Shimadzu).

Identifikasi fasa-fasa yang terbentuk

Tujuannya adalah untuk mengetahui fasa-fasa yang terbentuk dari variasi komposisi dan variasi suhu sintering dengan, dengan alat difraktometer sinar-X, tipe XD610 (Shimadzu) , dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$n \lambda = 2d \sin \theta$$

Keterangan

λ : Panjang gelombang

n : Bilangan bulat

d : Jarak

θ : Besar sudut

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengujian Kerapatan massa (densitas).

Dari penelitian yang dilakukan terlihat bahwa variasi perbandingan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$: ZrO_2 seperti pada sampel 1(90%:10%), sampel 2 (80%:20%), sampel 3 (70%:30%), sampel 4 (60%:40%), sampel 5 (50%:50%), dan sampel 6 (40%:60%), berpengaruh terhadap kerapatan massa (densitas) dan suhu sintering dari komposit keramik alumina-zirkonia yang dihasilkan, seperti terlihat pada tabel 1 dan Gambar 1.

Tabel Kerapatan massa (densitas) komposit keramik alumina - zirkonia pada berbagai suhu sintering

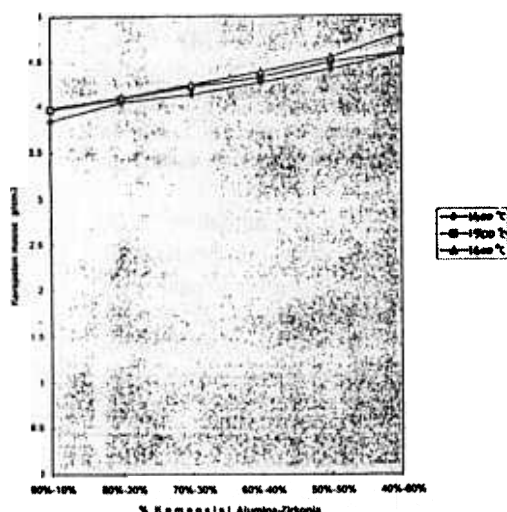
Sampel	Densitas (g/cm ³) Suhu 1400 °C	Densitas (g/cm ³) Suhu 1500 °C	Densitas (g/cm ³) Suhu 1600 °C
1	3,84	3,96	3,98
2	4,05	4,09	4,11
3	4,14	4,22	4,25
4	4,27	4,33	4,39
5	4,41	4,49	4,54
6	4,58	4,60	4,80

Pertambahan atau peningkatan kerapatan massa (densitas) bahan komposit keramik diakibatkan oleh adanya persen zirkonia yang ditambahkan ke dalam bahan alumina dan juga diakibatkan oleh kenaikan suhu pembakaran (sintering). Hal ini dikarenakan oleh setiap partikel dari masing-masing bahan yang saling mengisi kekosongan saat dipadukan, sebab ukuran butir dari partikel-partikel bahan keramik alumina maupun zirkonianya tidak sama.

Kekosongan yang ada pada komposit keramik juga turut diperkecil dengan dilakukannya pembakaran (sintering). Sintering mengakibatkan pemadatan kedua bahan keramik yang dipadukan, sehingga menyebabkan volume bahan menjadi semakin kecil.

Karena keramik zirkonia memiliki kerapatan massa (densitas) 5,8 (g/cm³), sedangkan keramik alumina memiliki kerapatan massa (densitas) 3,95 (g/cm³), maka komposit dari keduanya mengakibatkan kisaran kerapatan massa (densitas) (3,8 - 4,8) (g/cm³). Secara teoritis [13], kerapatan

massa (densitas) komposit keramik alumina-zirkonia sebesar $4,32 \text{ (g/cm}^3\text{)}$, sedangkan berdasarkan hasil penelitian kerapatan massa (densitas) komposit keramik alumina-zirkonia tersebut sebesar $4,11 \text{ (g/cm}^3\text{)}$. hal ini berarti sampel yang dibuat dalam percobaan sesuai dengan persyaratan teori dan dapat digunakan untuk bahan refraktori suhu tinggi.



Gambar 1.: Grafik hubungan Densitas terhadap % berat komposisi alumina-zirkonia dan suhu sintering .

Pengujian Koefisien Ekspansi Termal

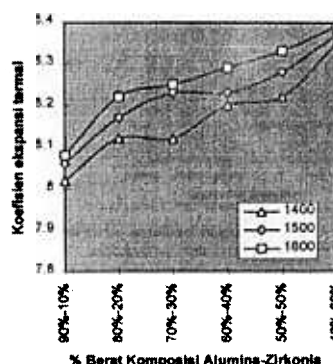
Analisa Koefisien ekspansi termal dari komposit keramik alumina-zirkonia yang dihasilkan, seperti terlihat pada tabel 2. dan Gambar 2.

Tabel 2.: Koefisien Ekspansi Termal komposit keramik alumina -zirkonia pada berbagai suhu sintering

Sampel	Koef.eksp. termal $\alpha(\text{in/in}^\circ\text{C})$ 1400 °C	Koef.eks. termal $\alpha(\text{in/in}^\circ\text{C})$ 1500 °C	Koef.eks. termal $\alpha(\text{in/in}^\circ\text{C})$ 1600 °C
1(90%-10%)	$8,02 \times 10^{-6}$	$8,06 \times 10^{-6}$	$8,08 \times 10^{-6}$
2(80%-20%)	$8,12 \times 10^{-6}$	$8,17 \times 10^{-6}$	$8,22 \times 10^{-6}$
3(70%-30%)	$8,12 \times 10^{-6}$	$8,23 \times 10^{-6}$	$8,25 \times 10^{-6}$
4(60%-40%)	$8,20 \times 10^{-6}$	$8,23 \times 10^{-6}$	$8,29 \times 10^{-6}$
5(50%-50%)	$8,22 \times 10^{-6}$	$8,28 \times 10^{-6}$	$8,33 \times 10^{-6}$
6(40%-60%)	$8,35 \times 10^{-6}$	$8,37 \times 10^{-6}$	$8,39 \times 10^{-6}$

Dari hasil pengukuran ekspansi termal ini walaupun dapat dikatakan tidak besar, namun dapat dilihat bahwa semakin bertambahnya suhu sintering dan penambahan persen zirkonia, tidak

menyebabkan perubahan harga ekspansi termal yang signifikan/besar.



Gambar 2.: Grafik hubungan Koefisien ekspansi termal terhadap %berat komposisi alumina-zirkonia dan suhu sintering

Dari hasil percobaan, terlihat nilai koefisien ekspansi termal berkisar $8,2 \times 10^{-6} \text{ oC}^{-1}$

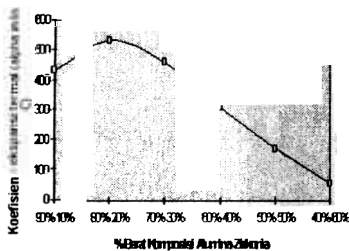
Pengujian Kekuatan Patah

Dari hasil pengujian kekuatan patah (bending strength) yang dilakukan, harga yang diperoleh untuk sampel pada suhu pembakaran , dapat dilihat tabel 3 dan Gambar 3.

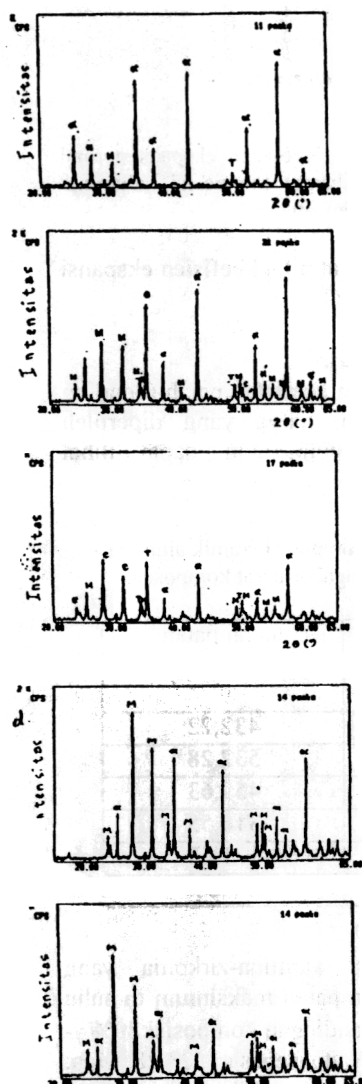
Tabel 3. Kekuatan patah komposit keramik alumina zirkonia pada berbagai % berat komposisi.

Sampel	Kekuatan patah (MPa)
1(90%-10%)	432,22
2(80%-20%)	532,28
3(70%-30%)	459,63
4(60%-40%)	310,55
5(50%-50%)	171,48
6(40%-60%)	56,84

Komposit keramik dari alumina-zirkonia yang memiliki tingkat kekuatan patah maksimum di suhu 1600°C adalah pada perbandingan komposisi 80% $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan 20% ZrO_2 , yaitu sebesar 523,28 Mpa. Pada penambahan zirkonia lebih besar 20% menyebabkan penurunan kekuatan patahnya. Hal ini kemungkinan disebabkan semakin banyak fasa zirkonia yang terbentuk, maka akan terjadi cacat mikro pada strukturnya.



Gambar 3.: Grafik hubungan kekuatan patah terhadap % berat komposisi alumina-zirkonia



Gambar 4.: Difraktometer sinar-x dari komposit keramik alumina-zirkonia pada suhu sintering 1600 °C terhadap % komposisi alumina-zirkonia (a) 90%-10 (b) 80%-20%, (c) 70%-30%, (d) 60%-40%, (e) 50%-50%, dan (f) 40%-60%.

Identifikasi fasa-fasa yang terbentuk

Hasil identifikasi fasa-fasa yang terbentuk dari bahan komposit keramik alumina-zirkonia pada berbagai persen komposisi dapat dilihat pada gambar 4a, sampai dengan 4f.

Dari difraktogram dapat dilihat bahwa setiap sampel terdapat beberapa difraksi sinar-x.

Pada umumnya struktur kristal dari pengujian alat difraktometer sinar-x, yang terbentuk pada beberapa fase, antara lain α Al_2O_3 , monoklinik (M)- ZrO_2 , Tetragonal (T) ZrO_2 dan Kubik (C) ZrO_2 . Struktur kristal yang memiliki fase Kubik- ZrO_2 terbesar merupakan bentuk fase yang paling stabil^[13], karena struktur kristal berkaitan langsung dengan kekuatan patah suatu material^[15].

Semakin banyak persen penambahan ZrO_2 yang diberikan dalam alumina, pada komposisi 80% γ - Al_2O_3 dan 20% ZrO_2 ternyata struktur kristal yang terbentuk memiliki fasa monoklinik (M)- ZrO_2 yang lebih dominan, dibandingkan dengan perbandingan komposisi lainnya. Dengan mengetahui hal ini, telah diperoleh kondisi optimum untuk komposit keramik alumina-zirkonia yang baik dan memperkuat data kerapatan massa (densitas) serta koefisien ekspansi termal yang dimilikinya.

KESIMPULAN

Kesimpulan yang dapat diambil, setelah melakukan percobaan adalah sebagai berikut:

1. Hasil pengujian Kekuatan patah dari komposit keramik alumina-zirkonia nilai optimumnya 523,28 Mpa dengan perbandingan komposisi 80% Al_2O_3 dan 20% ZrO_2
2. Suhu sintering untuk proses komposit keramik alumina-zirkonia yang terbaik adalah 1600°C, karena mempunyai kerapatan massa (densitas) sekitar 4,11 g/cm³, sedangkan secara teoritis 4,32 g/cm³.
3. Analisa struktur kristal untuk komposit keramik alumina-zirkonia fasa yang dominan adalah fasa monoklinik (M) zirkonia, pada komposisi 80% Al_2O_3 dan 20% ZrO_2

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami ucapkan terima kasih kepada sdr. Yeti Widyawati mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, UNIJA, sdr. Sumaryo, serta rekan-rekan yang telah membantu penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] TOSOH, Zirconia powder series, Japanesse Material Science, Brochure, (1994).
- [2] NAVARRO,L.M, RECIO.R, DURAN.P., Preparation and propertis evaluation of zirconia based/ Al_2O_3 composites as electrolites for solid oxide fuel cell system, Part I, Jurnal of Material Science, Vol. 30, No. 8, (1995).
- [3] RYTKONEN.R, KESKINEN.K, Alumina-Zirconia composites, Fabrication and properties, Euro-Ceramics, Vol.3, (1987).
- [4] BLUMENTAL, The Chemical Behavior of Zirconium, D.Van Nustrand Comp. Inc, (1958).
- [5] CALLISTER, WILLAM.D., Material Science and Engineering, John Wiley and Sons.
- [6] HARTOMO, ANTON.J., Mengenal keramik modern, Andi Offset, Yogyakarta. (1994).
- [7] HAUSER, HENRY .H., Denition of Sintering in Powder Metallurgi, Polytechnic Institute of New York. (1963).
- [8] PERDAMEAN SEBAYANG, MULYADI, Proposal Fuel Cells, Jakarta, Puslitbang P3FT-LIPI. (1996).
- [9] RICHESON, DAVID.W., Modern Ceramic Engineering, Marcel Dekker Inc, New York. (1982).
- [10]HARTOMO, ANTON.J., Mengenal keramik Canggih Cerdas dan Biokeramik, Andi Offset, Yogyakarta (1992).
- [11]TATA SURDIA DAN SAITO SHINNOKU, Pengetahuan Bahan Teknik, PT. Pradnya Paramita, Jakarta, (1984).
- [12]WORREL,W.E, Clay and Ceramic Raw Materials, 2nd, Applied Science Publisher, London. , (1975).
- [13]VICENZINI,P.,Material Science Monographs. Ceramic Today-Tomorrow's Ceramic, Elsevier Science Publisher, (1991).
- [14]UHLMANN,DAVID R. AND DONALD R. ULRICH, Ultrastructure Processing Advanced Materials, John Willey and Sons Inc. (1982).
- [15]HUI YIN, MING GAO and R.P.WEI, Acta metall.mater., vol. 43, No.1, (1995), p.371-382.